

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

DEC 2004

PCT/CZ03/00033
13.06.03

ČESKÁ REPUBLIKA

ÚŘAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ

REC'D 08 JUL 2003

WIPO PGT

potvrzuje, že
TESCAN, S.R.O., Brno, CZ

podal(i) dne 17.06.2002

přihlášku vynálezu značky spisu PV 2002 - 2105

a že připojený popis a 4 výkresy se shodují úplně
s původně podanými přílohami této přihlášky.

Schneiderová

Za předsedu: Ing. Schneiderová Eva



V Praze dne 18.6.2003



REST AVAILABLE COPY

Detektor sekundárních elektronů, zejména v rastrovacím elektronovém mikroskopu

Oblast techniky

Vynález se týká detektoru sekundárních elektronů, zejména v rastrovacím elektronovém mikroskopu.

Dosavadní stav techniky

Pro získání obrazu vzorku rastrovací elektronovou mikroskopí je vzorek rastrován elektronovým svazkem, načež se detekují zpravidla sekundární elektrony vyražené ze vzorku dopadajícím elektronovým svazkem a tímto signálem se moduluje synchronně rozmitaný elektronovým svazkem v monitoru. Rastrování probíhá zpravidla ve vakuu, zejména pro umožnění činnosti jak elektronového děla, tak i elektronového detektoru.

Práce se vzorkem ve vakuu působí mnoho problémů. Biologické vzorky vakuum nepřežívají, vlhké vzorky se ve vakuu odpaří dříve, než je možno pořídit přesný obraz. Pozorování vzorků, z nichž ve vakuu unikají různé plynné substančnosti, je třeba vždy předem pečlivě uvážit. Nevodivé vzorky ve vakuu akumují na svém povrchu statické náboje, které prakticky znemožňují přesnější pozorování. Tento problém se řeší pokovením takových vzorků, což však u některých vzorků, například polovodičů, může způsobit jejich zničení, čímž je prakticky znemožněna jejich nedestruktivní analýza.

Byla prováděna řada pokusů s pozorováním vzorků, při nichž byla vakuově oddělena preparátová komora mikroskopu od zdroje elektronového svazku, aby se při zachování dostatečného vakuua v oblasti elektronového děla mohl vzorek pozorovat při vyšším tlaku. US 4,785,182 a 4,880,976 Jamese F. Mancuso a spol. popisuje detektor sekundárních elektronů pro použití v plynné atmosféře. Zde jsou elektronové dělo a tubus elektronového mikroskopu čerpány na vakuum běžné v elektronové mikroskopii. Tato část elektronového mikroskopu je

pak od preparátové komory oddělena tlak omezující clonou, což je v podstatě víko, uzavírající tuto část elektronového mikroskopu. Uprostřed tohoto víka je malý otvor, který umožňuje průchod elektronového svazku, avšak představuje značný odpor vůči proudění plynu z preparátové komory k elektronovému dělu. Při použití výkonných vývěv, odčerpávajících plyn z prostoru elektronového děla, lze udržet vakuum na hodnotě přijatelné pro činnost elektronového děla a naopak lze udržet tlak plynu v preparátové komoře na takové úrovni, kterou daný preparát či vzorek vyžaduje. Mezi vzorkem a tlak omezující clonou je talířová elektroda s otvorem uprostřed pro umožnění průchodu elektronového svazku, k níž je přivedeno elektrické napětí. Sekundární elektrony, vyražené ze vzorku, jsou přitahovány elektrickým polem elektrody a jsou přiváděny k detektoru.

Zřejmou nevýhodou tohoto uspořádání je nemožnost optimalizovat současně tlak v preparátové komoře a tlak v komoře detektoru. Ponechá-li se s ohledem na biologické vzorky a jejich přežití ve vakuu tlak na vyšší úrovni, jsou podmínky pro práci detektoru zpravidla nedostatečné, a naopak vyčerpá-li se preparátová komora na vakuum optimální pro práci detektoru, nepřežívají biologické vzorky a není tak možno provádět jejich nedestruktivní pozorování.

WO 98/22971 přihlašovatele Leo Electron Microscopy Limited popisuje jiný systém, v němž se k držáku vzorku přivede záporné napětí a toto napětí odpuzuje sekundární elektrony vyražené primárním elektronovým svazkem do kolizní zóny v preparátové komoře, v níž kolize zrychlených sekundárních elektronů a molekul plynu v plynném médiu iniciují kaskádu kolizí a tím vytvářejí zesílený signál sekundárních elektronů, který je v mikroskopu detekován. Tento signál sestává z fotonů, vzniklých kolizemi zrychlených sekundárních elektronů a molekul plynu v plynném médiu a je detekován fotonásobičem, k němuž jsou fotony přivedeny světlovodem.

Ani tento systém nevyřešil dokonale problém zahlcení signálu ze sekundárních elektronů signálem z odražených elektronů. Navíc, fotonový signál je zpravidla velmi slabý a kvalita získaného obrazu je tak nízká.

Podstata vynálezu

Uvedené nedostatky dosavadního stavu techniky do značné míry eliminuje detektor sekundárních elektronů, zejména v rastrovacím elektronovém mikroskopu, kde podstata vynálezu spočívá v tom, že detektor sekundárních elektronů je tvořen čidlem, které je uloženo v komoře detektoru, k níž je připojena vývěva pro vytvoření vakua uvnitř komory detektoru, přičemž komora detektoru je ve své stěně přivrácené k aktivnímu povrchu čidla uzavřena clonou s velkým odporem vůči prostupu plynu a malým odporem vůči prostupu elektronů a všechny ostatní její stěny vakuotěsně oddělují vnitřní prostor komory detektoru od okolí.

Tato clona s velkým odporem vůči prostupu plynu a malým odporem vůči prostupu elektronů je ve výhodném provedení vynálezu tvořena elektricky vodivou mřížkou, k níž je připojen alespoň jeden zdroj předpětí.

Elektricky vodivá mřížka je s výhodou vytvořena z mědi nebo je tvořena membránou z elektricky izolujícího materiálu s otvory, například kaptonovou, přičemž tato membrána je pak ze strany přivrácené k čidlu opatřena prvním vodivým povlakem a ze strany odvrácené od čidla opatřena druhým vodivým povlakem, kde první vodivý povlak je elektricky odizolován od druhého vodivého povlaku.

Zdroj předpětí je s výhodou zdrojem předpětí 50 až 2000 V nebo ještě lepě zdrojem předpětí 250 až 700 V.

V jiném příkladném provedení detektoru sekundárních elektronů je čidlo tvořeno světlovodem, mezi jehož vstupem a elektricky vodivou mřížkou je uspořádána ionizační mřížka, která je připojena ke zdroji ionizačního napětí, přičemž výstup světlovodu je přiveden ke vstupu fotonásobiče.

Světlovod je ve výhodném provedení na svém vstupu opatřen scintilátem, který je na své k elektricky vodivé mřížce přivrácené straně opatřen vodivým povlakem, k němuž je připojen zdroj vysokého napětí.

V ještě jiném příkladném provedení je čidlo tvořeno PIN diodou.

V dalším příkladném provedení je čidlo opatřeno kovovým diskem, k němuž je připojen zdroj vysokého napětí a detektor proudu.

U všech výše popsaných provedení je výhodné, je-li elektricky vodivá mřížka vně komory detektoru překryta vstupní síťkou, zpravidla polokulovitého tvaru, která je připojena ke zdroji nízkého napětí 50 až 500 V nebo lépe 80 až 150 V.

Přehled obrázků na výkresech

Vynález bude dále podrobněji popsán podle přiložených výkresů, kde na obr. 1 je znázorněno výhodné provedení detektoru sekundárních elektronů s kaptonovou membránou, podle vynálezu, v komoře preparátu elektronového mikroskopu a na obr. 2 je znázorněno další výhodné provedení detektoru sekundárních elektronů s měděnou mřížkou, podle vynálezu, opět v komoře preparátu elektronového mikroskopu, na obr. 3 je znázorněn řez kaptonovou membránou použitou v prvním příkladném provedení detektoru podle vynálezu a na obr. 4 je znázorněno výhodné provedení detektoru sekundárních elektronů s kovovým diskem, podle vynálezu, opět v komoře preparátu elektronového mikroskopu.

Příklady provedení vynálezu

Na obr. 1 je znázorněno první příkladné provedení detektoru sekundárních elektronů podle vynálezu. Detektor 1 sekundárních elektronů sestává z čidla 2, uloženého v komoře 3 detektoru. Čidlo 2 sestává ze světlovodu 4, k jehož výstupu 5 je připojen neznázorněný fotonásobič a k jehož vstupu 6 je připojen scintilátor 7, jehož povrch je pokoven, přičemž k pokovení 8 scintilátoru 7 je připojen zdroj 9 vysokého napětí. Ke komoře 3 detektoru je připojena vývěva 10 pro vytvoření vakua uvnitř komory 3 detektoru. Stěna komory 3 detektoru přivrácená ke scintilátoru 7 je uzavřena elektricky vodivou mřížkou 11, vytvořenou z membrány 12 z elektricky izolujícího materiálu, v daném provedení z kaptonu,

s otvory 13 a z obou stran opatřené vodivými povlaky 14, 15. Konfigurace kaptonové membrány 12 je podrobněji znázorněna na obr. 3. K oběma vodivým povlakům 14, 15 jsou připojeny zdroje 16, 17 napětí. K prvnímu vodivému povlaku 14 přivrácenému k čidlu 2 je připojen zdroj 16 napětí 250 V a k druhému vodivému povlaku 15 odvrácenému od čidla 2 je připojen zdroj 17 napětí 500 V. Elektricky vodivá mřížka 11 je vně komory 3 detektoru překryta polokulovitou vstupní síťkou 18, která je připojena ke zdroji 19 nízkého napětí 80 až 150 V. Světlovod 4 má svůj výstup 5 vně komory 3 detektoru a jeho průchod stěnou komory 3 detektoru je vakuově utěsněn. Komora 3 detektoru je uložena v preparátové komoře 20 elektronového mikroskopu. Čelo komory 3 detektoru, opatřené polokulovitou vstupní síťkou 18, je přivrácené k preparátu 21 v preparátové komoře 20.

Detektor 1 sekundárních elektronů v prvním příkladném provedení pracuje tímto způsobem: Svazek 22 elektronů, urychlených v elektronovém mikroskopu, dopadá na povrch preparátu 21 a dopadající elektrony vyrážejí z povrchu preparátu 21 sekundární elektrony o energii jen několika elektronvoltů a zpětně odražené elektrony o energii několika kiloelektronvoltů. Zpětně odražené elektrony se odrážejí do různých stran a jen nepatrná část z nich má šanci proletět otvory 13 v kaptonové membráně 12, neboť elektrické pole polokulovité vstupní síťky 18, na níž je napětí 80 V, má vůči jejich vlastní energii samo energii jen nepatrnou. Oproti tomu sekundární elektrony jsou vzhledem ke své malé vlastní energii elektrickým polem polokulovité vstupní síťky 18 silně přitahovány. Vzhledem k plynné atmosféře v preparátové komoře 20 elektronového mikroskopu dochází při pohybu elektronů ke srážkám s molekulami plynu a tím k vytváření dalších sekundárních elektronů, tedy k násobícímu účinku. V prostoru pod polokulovitou vstupní síťkou 18 je elektrické pole vytvářené na pět 250 V na prvním vodivém povlaku 14. Toto elektrické pole vytváří u otvorů v polokulovité vstupní síťce 18 elektrostatické mikročočky a těmito otvory prostupuje vně polokulovitě vstupní síťky 18. Sekundární elektrony, které se

dostanou k povrchu polokulovité vstupní síťky 18, tak z větší části nedopadají na tu to polokulovitou vstupní síťku 18, ale procházejí otvory v ní do prostoru mezi polokulovitou vstupní síťkou 18 a kaptonovou membránou 12. V tomto prostoru jsou opět přitahovány napětím 250 V na kaptonové membráně 12. Druhý vodivý povlak 15 je však na napětí 500 V a v otvorech 13 se tak vytvářejí obdobné elektrostatické mikročočky a sekundární elektrony, které se dostanou k povrchu kaptonové membrány 12, tak z větší části nedopadají na první vodivý povlak 14, ale procházejí otvory 13 do prostoru komory 3 detektoru. V této komoře 3 detektoru jsou strhávány elektrickým polem pokovení 8 scintilátoru 7. Vzhledem k napětí 10 kV na pokovení 8 scintilátoru 7 procházejí sekundární elektrony, jak je v oboru známo, pokovením 8 a dopadají na scintilátor 7 s energií přibližně 10 keV. Scintilace, vzniklé po dopadu sekundárních elektronů na scintilátor 7 se přenášejí světlovodem 4 k fotonásobiči, na jehož výstupu se objevuje signál, jehož velikost je úměrná množství sekundárních elektronů vyražených z povrchu preparátu 21.

Při pokusech s tímto uspořádáním se použilo kaptonové membrány 12 vytvořené z kaptonové folie o tloušťce 0,125 mm, která byla oboustranně pokovená hliníkem a následně v ní byly vyvrtány dírky o průměru 0,15 mm ve čtvercové matici 10 x 10 dírek s roztečí 0,5 mm. Tlak v komoře 3 detektoru byl vývěvou 10 vyčerpán na méně než 7 Pa. S tímto uspořádáním bylo dosaženo uspokojivého obrazu i při proudu primárního svazku v řádu desítek pA.

Na obr. 2 je znázorněno druhé příkladné provedení detektoru sekundárních elektronů podle vynálezu. Toto provedení se od prvního příkladného provedení liší v tom, že jako elektricky vodivé mřížky 11 se použilo měděné mřížky. U tohoto provedení odpadá systém mikročoček na elektricky vodivé mřížce 11 způsobený dvěma různě nabitémi povlaky kaptonové membrány 12, nicméně elektricky vodivá mřížka 11 se nachází v silném poli elektrického napětí 10 kV na pokovení 8 scintilátoru 7, takže i na elektricky vodivé mřížce 11 dochází k vytváření systému mikročoček, který strhává sekundární elektrony do otvorů

13 v elektricky vodivé mřížce 11 a dále ke scintilátoru 7. Vzhledem k technologické obtížnosti výroby kaptonové membrány 12 s otvory 13, kde kaptonová membrána 12 musí být z obou stran pokovena a přitom vnitřní stěny otvorů 13 si musí zachovat nevodivý povrch, mají současně kaptonové membrány 12 ve srovnání se současnými měděnými mřížkami mnohem menší poměr plochy otvorů 13 k ploše materiálu mřížky. Takto při současné technologii výroby kaptonové membrány 12 je se současnými měděnými mřížkami dosahováno o řád vyššího signálu než s kaptonovými membránami 12.

Na obr. 4 pak je znázorněno další příkladné provedení detektoru sekundárních elektronů podle vynálezu. Čidlo 2 je opatřeno kovovým diskem 23, k němuž je připojen zdroj 9 vysokého napětí a detektor 24 proudu.

Příkladné provedení znázorněné na obr. 4 pracuje tak, že namísto na scintilátor 7 dopadají jak sekundární elektrony, které projdou elektricky vodivou mřížkou 11 a které jsou urychleny vysokým napětím ze zdroje 9, tak i elektrony, které se uvolní při ionizaci zbytkové atmosféry uvnitř komory 3 detektoru podél dráhy sekundárních elektronů, na kovový disk 23, odkud jsou odváděny do detektoru 24 proudu. Signál detekovaný detektorem 24 proudu pak odpovídá signálu sekundárních elektronů vyražených z povrchu preparátu.

Na obr. 5 je znázorněno čtvrté příkladné provedení detektoru sekundárních elektronů podle vynálezu. Toto provedení se od předchozích příkladních provedení liší v tom, že čidlo 2 je provedeno jako světlovod 4, mezi jehož vstupem 6 a clonou 11 je uspořádána ionizační mřížka 25, spojená se zdrojem 26 ionizačního napětí. U tohoto provedení jsou podobně jako u provedení předchozích sekundární elektrony vtaženy do komory 3 detektoru, kde se dostanou do elektrického pole ionizační mřížky 25, kterým jsou k ionizační mřížce 25 přitahovány. U tohoto uspořádání je tlak v komoře 3 detektoru zpravidla v rozmezí 20 až 100 Pa a dochází zde podél drah sekundárních elektronů k dalšímu vynášobení elektronů a tím i ionizaci molekul plynu v komoře 3 detektoru. Při této ionizaci molekul plynu, respektive při jejich přechodu zpět do základního stavu,

dochází k fluorescenci a tedy k emisi světla. Část takto vzniklého světla je odvedena světlovodem 4 dále na neznázorněný fotonásobič,

Při pokusech s uspořádáními podle vynálezu se použilo jako elektricky vodivé mřížky 11 standardní měděné síťky používané jako nosič preparátu v transmisní elektronové mikroskopii. Aktivní plocha síťky měla průměr asi 2 mm a obsahovala asi 160 otvorů o průměru 0,1 mm. V porovnání s kaptonovou membránou 12 použitou u předchozího řešení byla plocha otvorů srovnatelná, avšak otvory byly koncentrovány na asi desetkrát menší ploše. Na síťku bylo přiloženo napětí 400 až 500 V. Při tomto uspořádání bylo dosaženo asi desetkrát silnějšího signálu než při použití kaptonové membrány 12 a toto uspořádání se jeví za současného stavu jako nejfektivnější, a to i s tou výhodou, že zde odpadá nutnost technologicky velmi složité výroby kaptonové membrány 12.

Průmyslová využitelnost

Vynález je možno využít pro výrobu elektronových mikroskopů, zejména rastrovacích, u nichž se vzhledem k povaze prohlíženého preparátu vyžaduje vyšší tlak plynu v preparátové komoře mikroskopu.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Detektor sekundárních elektronů, zejména v rastrovacím elektronovém mikroskopu, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že je tvořen čidlem (2), které je uloženo v komoře (3) detektoru, k níž je připojena vývěva (10) pro vytvoření vakua uvnitř komory (3) detektoru, přičemž komora (3) detektoru je ve své stěně přivrácené k aktivnímu povrchu čidla (2) uzavřena clonou s velkým odporem vůči prostupu plynu a malým odporem vůči prostupu elektronů a všechny ostatní její stěny vakuotěsně oddělují vnitřní prostor komory (3) detektoru od okolí.

2. Detektor sekundárních elektronů podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že clona s velkým odporem vůči prostupu plynu a malým odporem vůči prostupu elektronů je tvořena elektricky vodivou mřížkou (11), k níž je připojen alespoň jeden zdroj (16, 17) předpětí.

3. Detektor sekundárních elektronů podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že elektricky vodivá mřížka (11) je vytvořena z mědi.

4. Detektor sekundárních elektronů podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že elektricky vodivá mřížka (11) je tvořena membránou (12) z elektricky izolujícího materiálu s otvory (13), přičemž membrána (12) je ze strany přivrácené k čidlu (2) opatřena prvním vodivým povlakem (14) a ze strany odvrácené od čidla (2) opatřena druhým vodivým povlakem (15), kde první vodivý povlak (14) je elektricky odizolován od druhého vodivého povlaku (15).

5. Detektor sekundárních elektronů podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že membrána (12) je kaptonová membrána.

6. Detektor sekundárních elektronů podle jednoho z předcházejících nároků, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že zdroj (16, 17) předpětí je zdrojem předpětí 50 až 2000 V.

7. Detektor sekundárních elektronů podle nároku 6, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že zdroj (16, 17) předpětí je zdrojem předpětí 250 až 700 V.

8. Detektor sekundárních elektronů podle jednoho z předcházejících nároků, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že čidlo (2) je tvořeno světlovodem (4), mezi jehož vstupem (6) a elektricky vodivou mřížkou (11) je uspořádána ionizační mřížka (25), která je připojena ke zdroji (26) ionizačního napětí, přičemž výstup světlovodu (4) je přiveden ke vstupu fotonásobiče.

9. Detektor sekundárních elektronů podle nároku 8, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že světlovod (4) je na svém vstupu opatřen scintilátorem (7), který je na své k elektricky vodivé mřížce (11) přivrácené straně opatřen vodivým povlakem (8), k němuž je připojen zdroj (9) vysokého napětí.

10. Detektor sekundárních elektronů podle jednoho z předcházejících nároků, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že čidlo (2) je tvořeno PIN diodou.

11. Detektor sekundárních elektronů podle jednoho z předcházejících nároků, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že čidlo (2) je opatřeno kovovým diskem (23), k němuž je připojen zdroj (9) vysokého napětí a detektor (24) proudu.

12. Detektor sekundárních elektronů podle jednoho z předcházejících nároků, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že elektricky vodivá mřížka (11) je vně komory (3) detektoru překryta vstupní síťkou (18), která je připojena ke zdroji (19) nízkého napětí 50 až 500 V.

13. Detektor sekundárních elektronů podle nároku 12, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že elektricky vodivá mřížka (11) je vně komory (3) detektoru překryta vstupní síťkou (18), která je připojena ke zdroji (19) nízkého napětí 80 až 150 V.

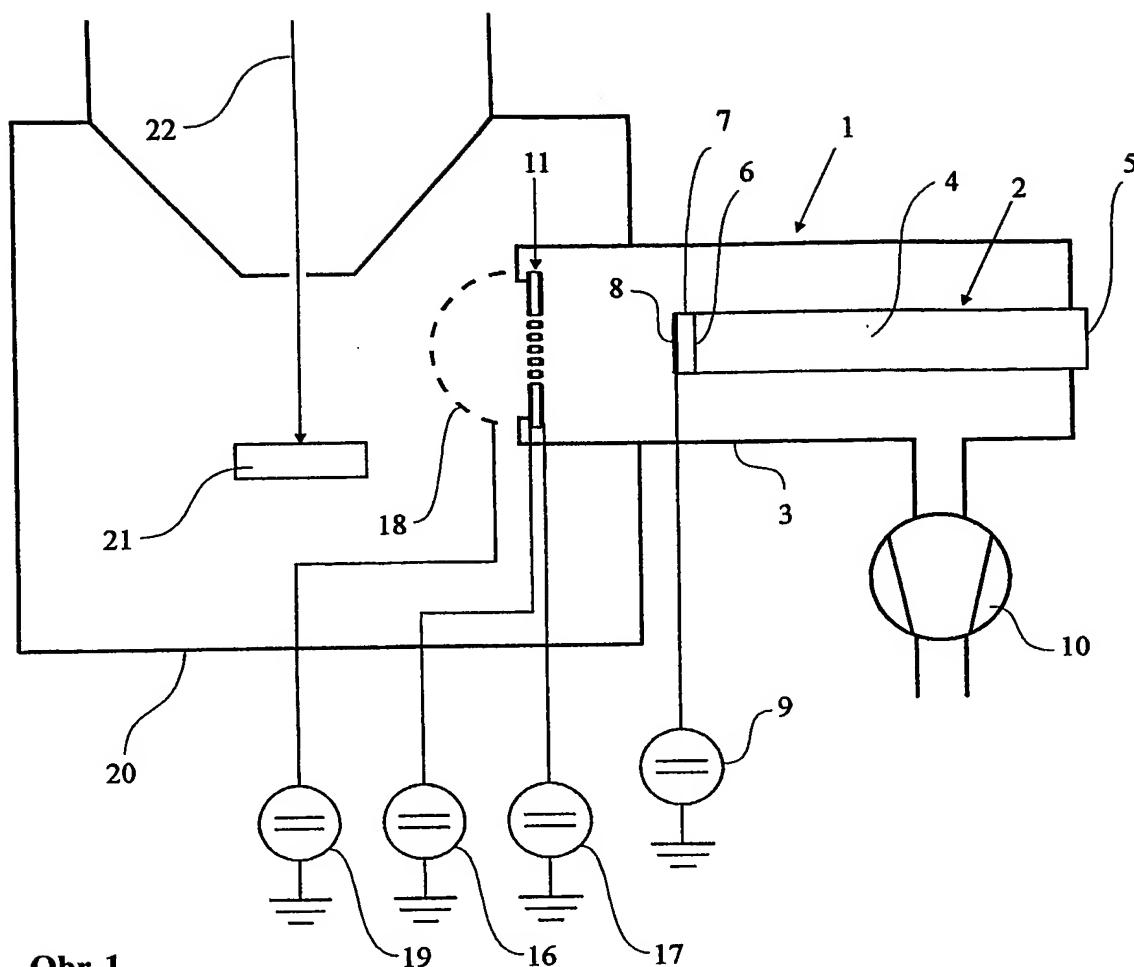
14. Detektor sekundárních elektronů podle nároku 12 nebo 13, **v y z n a - č u j í c í s e t í m**, že vstupní síťka (18) má polokulovitý tvar.

Anotace

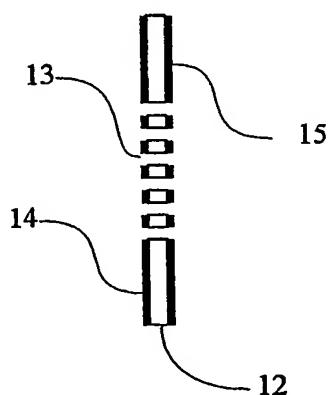
Název vynálezu: **Detektor sekundárních elektronů, zejména v rastrovacím elektronovém mikroskopu**

Řešení se týká detektoru (1) sekundárních elektronů, zejména v rastrovacím elektronovém mikroskopu. Podstatou řešení je, že detektor (1) sekundárních elektronů je tvořen čidlem (2), které je uloženo v komoře (3) detektoru, k níž je připojena vývěva (10) pro vytvoření vakua uvnitř komory (3) detektoru, přičemž komora (3) detektoru je ve své stěně přivrácené k aktivnímu povrchu čidla (2) uzavřena clonou s velkým odporem vůči prostupu plynu a malým odporem vůči prostupu elektronů. Elektricky vodivá mřížka (11) je provedena jako měděná síťka nebo jako kaptonová membrána (12) s otvory (13) a z obou stran opatřená vodivým povlakem (14, 15). Elektricky vodivá mřížka (11) je vně komory (3) detektoru překryta zpravidla polokulovitou vstupní síťkou (18), která je připojena ke zdroji (19) nízkého napětí 80 až 150 V.

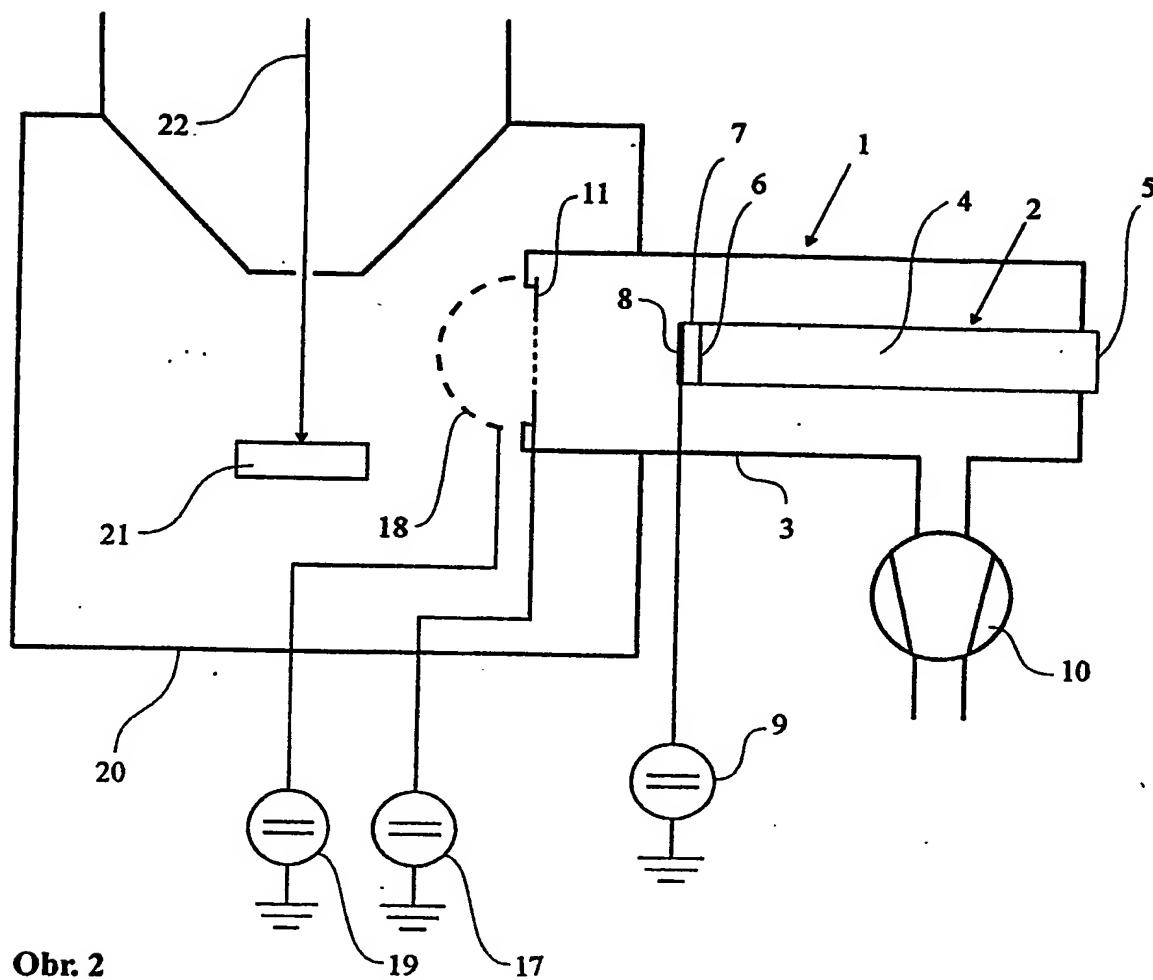
18.06.02



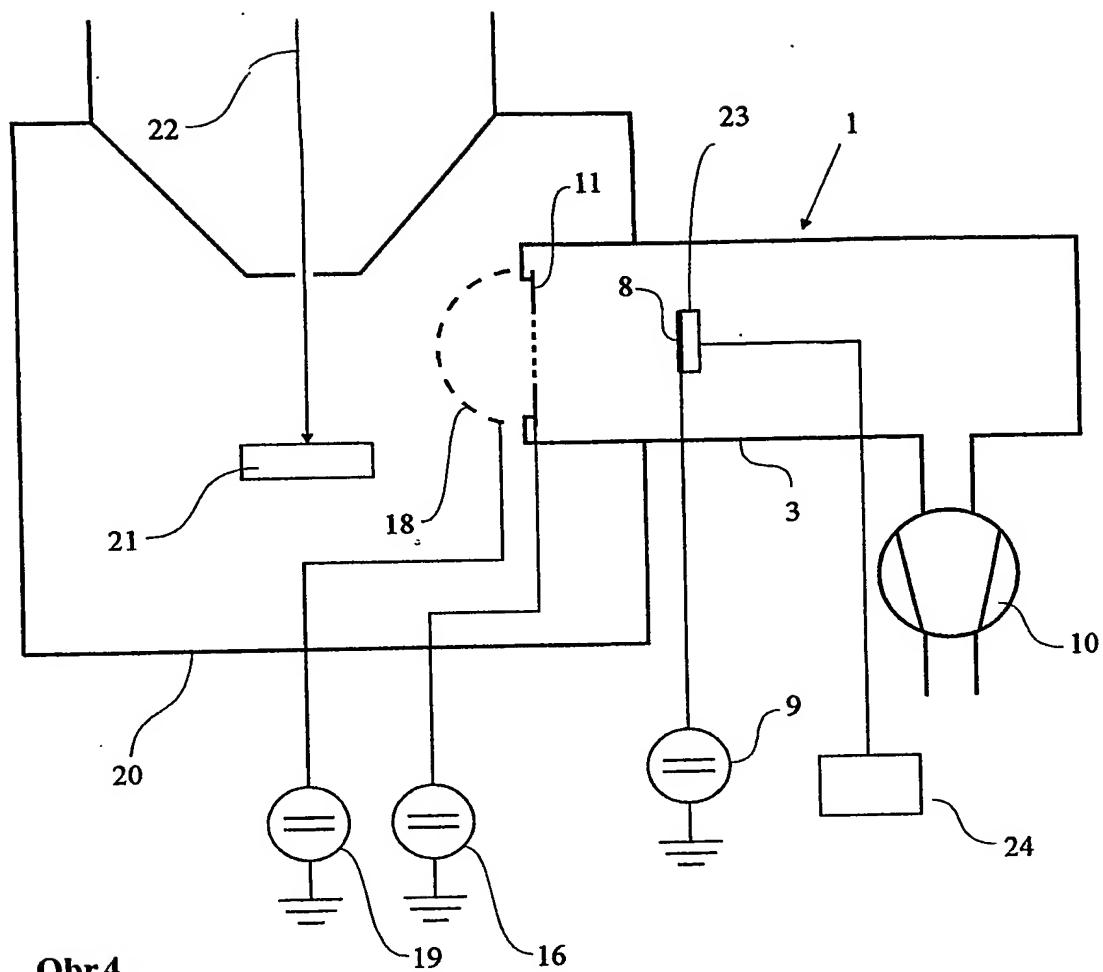
Obr. 1



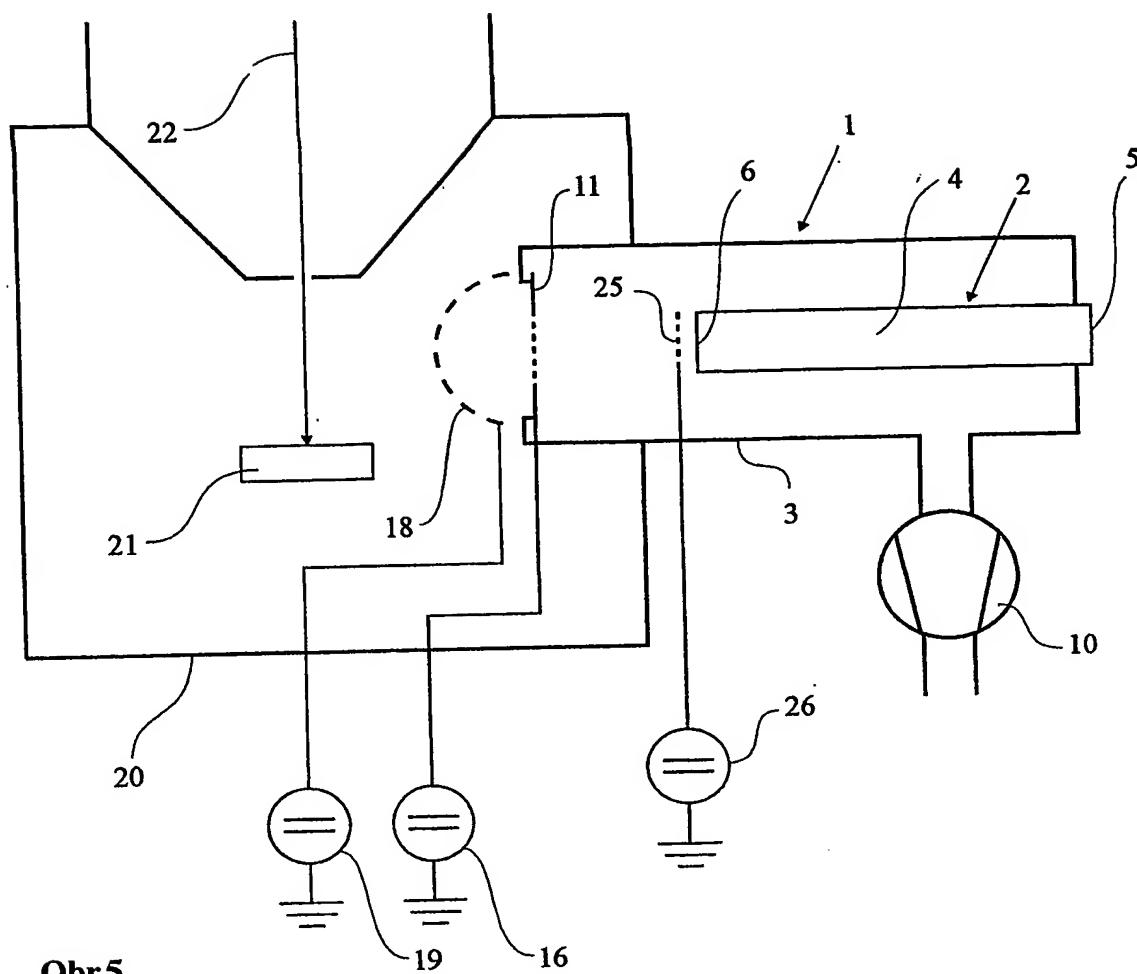
Obr. 3



Obr. 2



Obr.4



Obr.5